



PATENT APPLICATION

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of

Guy LEMOINE, et al.

Appln. No.: 09/938,860

Group Art Unit: 1714

Confirmation No.: 2155

Examiner: Not Yet Assigned

Filed: August 27, 2001

For: SYNTHETIC BITUMEN OIL-WATER EMULSIONS, THEIR PREPARATION AND
THEIR APPLICATIONS

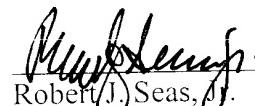
SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT

Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

Sir:

Submitted herewith is a certified copy of the priority document on which a claim to priority was made under 35 U.S.C. § 119. The Examiner is respectfully requested to acknowledge receipt of said priority document.

Respectfully submitted,



Robert J. Seas, Jr.
Registration No. 21,092

SUGHRUE MION, PLLC
2100 Pennsylvania Avenue, N.W.
Washington, D.C. 20037-3213
Telephone: (202) 293-7060
Facsimile: (202) 293-7860
RJS/rwl

Enclosures: French 0011069

Date: November 20, 2001



BREVET D'INVENTION



CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

08 OCT. 2001

Fait à Paris, le

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Martine Planche', enclosed in a decorative oval border.

Martine PLANCHE



INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

26 bis, rue de Saint Petersbourg
75800 Paris Cedex 08
Telephone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

cerfa

N° 11354*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

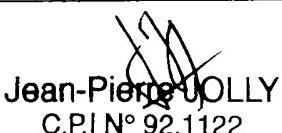
Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W 260893

REMISE DES PIÈCES		Réserve à l'INPI	
DATE	30 AOUT 2000		
LIEU	75 INPI PARIS		
N° D'ENREGISTREMENT	0011069		
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI			
DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI	30 AOUT 2000		
Vos références pour ce dossier (facultatif)		37246/1383/JPJ/CHS	
Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
2 NATURE DE LA DEMANDE		Cochez l'une des 4 cases suivantes	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale		N°	Date / /
		N°	Date / /
Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale		N°	Date / /
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)			
Emulsions aqueuses de bitume synthétique, leur procédé de préparation et leurs applications.			
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation Date / / N°	
		Pays ou organisation Date / / N°	
		Pays ou organisation Date / / N°	
		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé « Suite »	
5 DEMANDEUR		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé « Suite »	
Nom ou dénomination sociale		TOTAL RAFFINAGE DISTRIBUTION S.A.	
Prénoms			
Forme juridique		SOCIETE ANONYME	
N° SIREN			
Code APE-NAF			
Adresse	Rue	Tour TOTAL, 24 Cours Michelet	
	Code postal et ville	92800 PUTEAUX	
Pays		FRANCE	
Nationalité		française	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			

**BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES		Réervé à l'INPI																											
DATE	30 AOUT 2000																												
LIEU	75 INPI PARIS																												
N° D'ENREGISTREMENT	0011069																												
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI																													
DB 540 W /260899																													
Vos références pour ce dossier : <i>(facultatif)</i>		37246/1383/JPJ/CHS																											
6 MANDATAIRE <table border="1"> <tr> <td>Nom</td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td>Prénom</td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td>Cabinet ou Société</td> <td colspan="2">CABINET JOLLY</td> </tr> <tr> <td>N ° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel</td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td>Adresse</td> <td>Rue</td> <td>54, Rue de Clichy</td> </tr> <tr> <td></td> <td>Code postal et ville</td> <td>75009 PARIS</td> </tr> <tr> <td>N ° de téléphone <i>(facultatif)</i></td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td>N ° de télécopie <i>(facultatif)</i></td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td>Adresse électronique <i>(facultatif)</i></td> <td colspan="2"></td> </tr> </table>			Nom			Prénom			Cabinet ou Société	CABINET JOLLY		N ° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel			Adresse	Rue	54, Rue de Clichy		Code postal et ville	75009 PARIS	N ° de téléphone <i>(facultatif)</i>			N ° de télécopie <i>(facultatif)</i>			Adresse électronique <i>(facultatif)</i>		
Nom																													
Prénom																													
Cabinet ou Société	CABINET JOLLY																												
N ° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel																													
Adresse	Rue	54, Rue de Clichy																											
	Code postal et ville	75009 PARIS																											
N ° de téléphone <i>(facultatif)</i>																													
N ° de télécopie <i>(facultatif)</i>																													
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>																													
7 INVENTEUR (S) <table border="1"> <tr> <td>Les inventeurs sont les demandeurs</td> <td><input type="checkbox"/> Oui</td> </tr> <tr> <td></td> <td><input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée</td> </tr> </table>			Les inventeurs sont les demandeurs	<input type="checkbox"/> Oui		<input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée																							
Les inventeurs sont les demandeurs	<input type="checkbox"/> Oui																												
	<input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée																												
8 RAPPORT DE RECHERCHE <table border="1"> <tr> <td>Établissement immédiat ou établissement différé</td> <td><input checked="" type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td></td> <td><input type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td>Paiement échelonné de la redevance</td> <td>Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques</td> </tr> <tr> <td></td> <td><input type="checkbox"/> Oui</td> </tr> <tr> <td></td> <td><input type="checkbox"/> Non</td> </tr> </table>			Établissement immédiat ou établissement différé	<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	Paiement échelonné de la redevance	Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques		<input type="checkbox"/> Oui		<input type="checkbox"/> Non																	
Établissement immédiat ou établissement différé	<input checked="" type="checkbox"/>																												
	<input type="checkbox"/>																												
Paiement échelonné de la redevance	Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques																												
	<input type="checkbox"/> Oui																												
	<input type="checkbox"/> Non																												
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES <table border="1"> <tr> <td>Uniquement pour les personnes physiques</td> </tr> <tr> <td><input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i></td> </tr> <tr> <td><input type="checkbox"/> Requise antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence)</i></td> </tr> </table>			Uniquement pour les personnes physiques	<input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i>	<input type="checkbox"/> Requise antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence)</i>																								
Uniquement pour les personnes physiques																													
<input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i>																													
<input type="checkbox"/> Requise antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence)</i>																													
Si vous avez utilisé l'imprimé « Suite », indiquez le nombre de pages jointes																													
10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE <i>(Nom et qualité du signataire)</i>		 Jean-Pierre JOLLY C.P.I N° 92.1122																											
		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI M. MARTIN																											

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° .1. / .1.

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W 269844

Vos références pour ce dossier <i>(facultatif)</i>	37246/1383/JPJ/CHS
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL	0011069
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)	
Emulsions aqueuses de bitume synthétique, leur procédé de préparation et leurs applications.	
LE(S) DEMANDEUR(S) : -Société Anonyme dite : TOTAL RAFFINAGE DISTRIBUTION S.A. Tour TOTAL 24, Cours Michelet 92800 PUTEAUX	
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» Si il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).	
Nom LEMOINE Prénoms Guy Adresse Rue 81, Rue Louis Delamare Code postal et ville 76600 LE HAVRE	
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i> Nom GILLET Prénoms Jean-Philippe Adresse Rue 4, Rue Georges BRASSENS Code postal et ville 76700 GAINNEVILLE	
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i> Nom JOLIVET Prénoms Yannick Adresse Rue 15, Rue Docteur Le Nouene Code postal et ville 76600 LE HAVRE	
DATE ET SIGNATURE(S) <u>DU DEMANDEUR(S)</u> <u>OU DU MANDATAIRE</u> <i>(Nom et qualité du signataire)</i> Le 30 Août 2000	
 Jean-Pierre JOLLY C.P.I N° 92.1122	

Emulsions aqueuses de bitume synthétique, leur procédé de préparation et leurs applications.

La présente invention concerne de nouvelles émulsions aqueuses de bitume synthétique, qui sont constituées essentiellement de liants synthétiques clairs ne contenant pas d'asphaltènes, et de polymères, ainsi que leur procédé de préparation. L'invention concerne aussi les applications de ces émulsions pour la réalisation de revêtements de surface pouvant être colorés, notamment pour des matériaux d'étanchéité pigmentés, tels que les chapes d'étanchéité colorées pour toitures, ainsi que pour des utilisations routières.

Il est connu, dans l'état de la technique, d'utiliser des liants synthétiques clairs, ayant, à l'exception de la couleur, des caractéristiques voisines de celles des bitumes naturels (provenant du pétrole brut, des schistes bitumineux, d'huiles lourdes, de sables bitumineux, etc..., obtenus notamment par distillation et désasphaltage de la fraction lourde issue de la distillation), dans la fabrication de revêtements colorés. Ces liants clairs ne contiennent pas d'asphaltènes et peuvent être obtenus notamment, comme décrit dans le brevet européen EP 179 510, par mélange d'un extrait d'huile lubrifiante minérale et d'une résine de pétrole et/ou d'une résine coumarone-indène modifiées. Ils sont utilisés pour réaliser des compositions pigmentables, en mélange avec des pigments colorés et éventuellement d'autres polymères. Leur mise en œuvre se fait par des techniques à chaud, compliquées et coûteuses en énergie.

Il est également connu de mettre en émulsion des bitumes naturels, de façon à pouvoir les utiliser dans les techniques dites « à froid » des applications routières.

Par ailleurs, on sait également réaliser des émulsions aqueuses de liants synthétiques clairs, avec des granulats et des pigments colorés, pour la réalisation d'enrobés colorés destinés à des revêtements routiers ou urbains, dont la mise en œuvre est réalisée à froid. Cependant, si, pour d'autres applications, on souhaite augmenter les performances du liant, notamment sa cohésivité et/ou son point de ramollissement (ou température « bille-anneau »), par l'adjonction de polymères, le taux de

polymère se trouve rapidement limité à un seuil d'environ 7% en poids. Cette limite provient de la viscosité élevée des liants modifiés obtenus, qui rend leur mise en émulsion très difficile, voire impossible, dans les conditions de température et de pression habituelles mises en œuvre dans 5 les procédés de fabrication.

C'est le cas en particulier dans le brevet européen EP 0 604 258, appartenant à la Demanderesse, qui décrit un exemple d'obtention d'une émulsion aqueuse bitume-polymère, dans laquelle le bitume peut être un bitume synthétique, auquel est ajouté un polymère, qui est greffé et 10 réticulé *in situ* à chaud dans le bitume. Le taux de polymère dans l'émulsion ne dépasse pas 5% en poids et le procédé de préparation nécessite une mise en œuvre relativement complexe.

La Demanderesse a établi que, de façon surprenante, par la mise en émulsion d'un liant synthétique clair en combinaison avec au moins un composé de la famille des latex, on peut obtenir une émulsion améliorée de bitume synthétique, particulièrement avantageuse grâce à sa teneur spécialement élevée en polymères, tout en conservant une viscosité satisfaisante, qui facilite sa mise en œuvre, en particulier pour les applications par des techniques dites « à froid ». Cette émulsion est 20 particulièrement avantageuse pour la réalisation de revêtements ou couches de surface, en particulier colorés, et elle confère à ces revêtements des caractéristiques accrues, grâce au taux élevé de polymère qui peut être incorporé, en particulier en ce qui concerne leur point de ramollissement, leur cohésion, leur résistance au vieillissement, ainsi qu'un comportement 25 rhéologique amélioré.

L'invention a donc pour premier objet une émulsion de bitume synthétique, utilisable notamment pour la réalisation de revêtements colorés, constituée essentiellement de liants clairs et éventuellement de pigments colorés, caractérisée en ce qu'elle comprend :

30 - au moins un liant synthétique clair ayant un point de ramollissement ou Température Bille-Anneau (TBA), mesurée selon la norme NF T 66-008, comprise entre 30 et 100 °C,

- au moins un composé de la famille des latex, introduit en une quantité comprise entre 3 et 40 % en poids de l'émulsion,

- de l'eau,
- et au moins un agent émulsifiant.

Plus particulièrement, le composé de la famille des latex est choisi parmi les polymères acryliques ou les caoutchoucs naturels ou synthétiques, utilisables sous forme de dispersion aqueuse, tels que:

- 5 -l'EPDM (éthylène-propylène-diène-monomère),
- l'EPM (éthylène-propylène monomère),
- les copolymères styrène-butadiène statistiques S.B.R. (styrène-butadiène rubber) ou séquencés S.B.S. (styrène-butadiène-styrène),
- 10 linéaires ou étoilés, ou S.I.S. (styrène-isoprène-styrène),
- le polyisobutylène,
- le polybutadiène,
- le polyisoprène,
- le polychloroprène.

15 De préférence, le composé de la famille des latex est introduit en une quantité comprise entre 5 et 30 % en poids de l'émulsion.

Dans un premier mode de réalisation, le liant synthétique clair comprend au moins un agent plastifiant à base d'un extrait aromatique d'une coupe pétrolière et au moins un agent structurant à base de résine de pétrole.

Cependant, le liant synthétique clair peut également comprendre au moins un agent plastifiant à base d'un composé hydrocarboné aliphatique dont le nombre d'atomes de carbone est supérieur ou égal à 20, et au moins un agent structurant à base d'un polymère hydrocarboné cycloaliphatique.

L'agent plastifiant utilisé dans le cadre de l'invention, est choisi de préférence parmi :

- a) les huiles aliphatiques naturelles ou synthétiques,
- b) les polymères à bas degré de polymérisation, tels que les polyoléfines.

En particulier, les huiles aliphatiques ont un point d'aniline supérieur ou égal à 90°C (selon la méthode ASTM D 611) et, de préférence, supérieur ou égal à 110 °C.

Ces huiles aliphatiques sont choisies de préférence, parmi les huiles blanches hydrogénées, contenant au moins 60% d'atomes de carbone paraffinique (selon la méthode ASTM D 2140).

Les polymères constituant l'agent plastifiant ont un indice de viscosité (VI) (selon la méthode ASTM D 2270) supérieur ou égal à 100, et de préférence supérieur ou égal à 120.

De préférence, ces polymères sont du type polybutène, de masse moléculaire en nombre comprise entre 900 et 2600 et de viscosité cinématique à 100°C (selon la méthode ASTM D 445) comprise entre 200 et 4600 cSt (200 à 4600 mm²/s).

L'agent structurant conforme à l'invention est une résine thermoplastique polycycloaliphatique, en particulier du type des polycyclopentanes, à faible masse moléculaire.

Plus particulièrement, la résine thermoplastique du type des polycyclopentanes, a un point de ramollissement (ou Température Bille-Anneau, TBA, mesurée selon la norme NF T 66-008) supérieur à 125 °C, et un indice de couleur Gardner (selon la norme NF T 20-030) d'au plus 1

Le rapport en poids entre l'agent structurant et l'agent plastifiant, selon l'invention, est avantageusement compris entre 0,4 et 1,5.

Selon l'invention, l'agent plastifiant est utilisé en une quantité comprise entre 40 et 70 % en poids du liant synthétique clair.

Le liant synthétique clair, tel que défini ci-dessus, présente une pénétrabilité comprise entre 20 et 300 dixièmes de mm (selon la norme NF T 66-004).

Le liant synthétique clair de l'émulsion selon l'invention peut contenir, en outre, soit des copolymères du type éthylène-acétate de vinyle (EVA) ou styrène-butadiène séquencés S.B.S., soit des polymères du type du polyéthylène basse densité. L'incorporation de ces polymères s'avère utile pour durcir le liant, diminuer les valeurs de pénétrabilité, et renforcer la cohésion.

Pour réaliser l'émulsion selon l'invention, la Demanderesse a utilisé ainsi avec succès une émulsion de latex de polychloroprène, non ionique ou cationique, ayant une concentration en matière sèche de 55 à 59 % et une masse spécifique comprise entre 1,09 et 1,14 g/cm³.

L'émulsion selon l'invention peut comprendre, de préférence :

- de 40 à 70% en masse de liant synthétique,
- de 5 à 30 % en masse de latex,
- de 60 à 30 % en masse d'eau,
- de 3 à 10 % en masse d'agent émulsifiant .

5

La préparation de l'émulsion selon l'invention nécessite l'utilisation d'un émulsifiant, qui est de préférence cationique ou non ionique. Une gamme d'émulsifiants préférés comprend, par exemple, des émulsifiants à base d'alcools secondaires éthoxylés en C10 à C15, introduits à un taux compris entre 3 et 8 % en masse de la solution émulsifiante. D'autres émulsifiants, tels que les alcools polyvinyliques, peuvent aussi être utilisés avantageusement.

10

15

L'incorporation de l'émulsifiant peut se faire en partie au préalable dans le liant synthétique, avant l'introduction de la solution émulsifiante pour la mise en émulsion du bitume, qui est réalisée dans un mélangeur à très haut taux de cisaillement.

15

L'invention a également pour objet un procédé de préparation de cette émulsion, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

a) la réalisation d'un liant synthétique, par mélange sous forme sensiblement homogène, à l'état fondu, d'au moins un agent plastifiant et d'au moins un agent structurant,

b) la mise en émulsion du liant synthétique obtenu en a) à l'aide d'une solution aqueuse d'un agent émulsifiant, en maintenant le mélange obtenu à une température suffisante pour obtenir une émulsion stable,

25

c) le refroidissement de l'émulsion et l'incorporation du latex sous forme d'émulsion, sous agitation à température ambiante.

30

La première étape a) du procédé de préparation de l'émulsion de bitume synthétique selon l'invention consiste à mélanger les composants du liant synthétique à une température qui peut être comprise entre 180 et 200 °C, dans une enceinte de mélange dynamique avec rotor, pendant une durée qui peut être de 1 à 1,5 heure, pour obtenir un mélange homogène.

La deuxième étape b) du procédé selon l'invention comporte l'incorporation au liant synthétique, sous agitation, d'une solution

émulsifiante réalisée avec un émulsifiant non ionique ou cationique, introduit à un taux compris entre 3 et 8 % en masse de la solution émulsifiante. Cette mise en émulsion est réalisée au moyen d'un mélangeur à forte agitation. L'émulsion obtenue présente un taux de matière sèche comprise entre 30 et 75 %.

Après refroidissement de l'émulsion a lieu l'incorporation de l'émulsion de latex, de préférence sous forme non ionique ou cationique, qui est introduite à un taux compris avantageusement entre environ 15 et 30% en masse, par mélange mécanique à température ambiante. On constate une bonne stabilité de l'émulsion bitume/polymère obtenue, dont le taux de matière sèche varie entre 56 et 60 %.

Il peut également envisager d'incorporer le polymère sous forme de latex, lors de la mise en émulsion du liant synthétique, en l'ajoutant au système émulsifiant à l'étape b).

Dans une autre variante de mise en œuvre du procédé selon l'invention, le liant synthétique est obtenu par mélange d'un agent plastifiant se composant d'un composé hydrocarboné aliphatique, dont le nombre d'atomes de carbone est supérieur ou égal à 20, et d'un agent structurant composé d'un polymère hydrocarboné cycloaliphatique.

L'émulsion finale peut comporter aussi des pigments colorés, introduits sous forme d'émulsions. On n'observe pas de rupture de l'émulsion finale lors de cette introduction et, pour obtenir une certaine opacité, il peut être nécessaire d'ajouter d'autres pigments, comme par exemple du dioxyde de titane. La dispersion des colorants se fait par agitation mécanique.

La rupture de l'émulsion conforme à l'invention peut se produire, lorsque l'on utilise un émulsifiant non ionique, par évaporation de l'eau à la température ambiante ou par chauffage, notamment par air chaud ou par micro-ondes.

Dans le cas de l'utilisation d'un émulsifiant cationique, la rupture de l'émulsion se fait par un processus chimique (assisté par la présence de granulats).

La couche de bitume synthétique obtenue par évaporation de l'eau à partir de cette émulsion présente une température bille-anneau (TBA)

supérieure à 100°C et qui peut dépasser 160°C, alors qu'avant mise en émulsion, le liant synthétique clair a une TBA inférieure à 50°C.

Compte tenu de la viscosité élevée de cette composition, de ses propriétés adhésives et de sa bonne stabilité à la lumière, cette émulsion 5 est particulièrement bien adaptée à une utilisation comme revêtement en remplacement de certains revêtements polymériques tels que des plastisols de polychlorure de vinyle, des émulsions de polymères ou des peintures.

Un autre objet de l'invention consiste en l'application d'une telle émulsion à la réalisation d'un revêtement de surface coloré sur un 10 matériau d'étanchéité, tel qu'une membrane ou chape, composé d'au moins une couche de base, cette application étant caractérisée en ce que le dépôt du bitume synthétique, auquel sont ajoutés des pigments colorés, est obtenu par enduction de cette émulsion sur la couche de base et évaporation de son eau.

15 La couche de revêtement de surface présente une température bille-anneau (TBA) supérieure à 160°C et une épaisseur inférieure à 1 mm et de préférence inférieure à 500 µm.

On constate qu'une telle couche de surface présente une tenue à la lumière comparable à celle de certains revêtements polymériques tels que 20 des plastisols de polychlorure de vinyl (PVC).

Le matériau d'étanchéité à traiter comporte de préférence une couche support à base d'un mélange bitume-polymère.

Un autre objet de l'invention consiste en l'application d'une émulsion selon l'invention à la réalisation d'un revêtement de surface coloré pour 25 applications routières à froid, tel que des enduits superficiels, des enrobés coulés à froid, et des coulis, sur une couche de base, cette application étant caractérisée en ce que le dépôt du liant synthétique, auquel sont ajoutés des pigments colorés et des granulats, est obtenu par répandage à froid et rupture de cette émulsion.

30 La couche de revêtement de surface ainsi obtenue, peut présenter une épaisseur inférieure à 1,5 cm et de préférence inférieure ou égale à 0,8 cm. Elle possède des propriétés améliorées d'adhésion à la couche de base, ainsi que de cohésion .

Des émulsions cationiques adaptées à la nature des granulats sont avantageusement utilisées pour le répandage ou l'enrobage. Ces émulsions présentent une teneur en liant comprise entre environ 60 et 70 % en poids.

5 De façon générale, on constate que les caractéristiques du liant synthétique de base auquel est ajouté un latex, selon l'invention, sont nettement améliorées, en particulier en ce qui concerne sa cohésivité, son adhésivité passive, son comportement à basse température (Point de Fraass inférieur à -20°C), sa TBA, son intervalle de plasticité, sa résistance
10 au vieillissement, et son comportement rhéologique.

L'Exemple suivant, qui n'a pas de caractère limitatif, illustre un mode préféré de mise en œuvre de l'invention.

Exemple

Cet exemple concerne la préparation d'une émulsion de bitume synthétique selon l'invention.

1) Préparation du liant synthétique clair:

Le liant synthétique utilisé comprend :

- 59,5% en poids, comme agent plastifiant, d'un polybutène de masse moléculaire en nombre de 2600 et de viscosité cinématique à 100°C
20 (selon la méthode ASTM D 445) de 4300 cSt (ou mm²/s), vendu sous la marque « Dynapak H-2000 » par la société Pakhoed, et

- 40,5 % en poids, comme agent structurant, d'une résine hydrocarbonée cyclo-aliphatique saturée, ayant un point de ramollissement ou température bille-anneau (TBA) de 140 °C, une masse
25 moléculaire en nombre de 400, et un indice de couleur Gardner (selon la norme NF T 20-030) de 1, vendue sous la marque « Escorez 5340 » par la société Exxon.

Le rapport en poids entre l'agent structurant (résine) et l'agent plastifiant est dans ce cas de 0,68.

30 La préparation du mélange s'effectue avec un mélangeur Rayneri, à 180°C, pendant environ 1,5 heure, jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène.

Le liant synthétique obtenu présente les caractéristiques suivantes :

- pénétrabilité à 25°C en 1/10 mm (selon norme NF T 66-004) : 165,

l'intensité de la variation de couleur du mélange liant synthétique/polymère est comparable pour les colorations jaune et verte.

En outre, ces émulsions permettent de préparer des revêtements colorés de faible épaisseur et ayant en particulier un point de 5 ramollissement élevé.

REVENDICATIONS

1. Emulsion de bitume synthétique, utilisable notamment pour la réalisation de revêtements colorés, constituée essentiellement de liants clairs et éventuellement de pigments colorés, caractérisée en ce qu'elle 5 comprend :

- au moins un liant synthétique clair ayant un point de ramollissement ou une température Bille-Anneau (TBA), mesurée selon la norme NF T 66-008, comprise entre 30 et 100 °C,
- 10 - au moins un composé de la famille des latex, introduit en une quantité comprise entre 3 et 40 % en poids de l'émulsion,
- de l'eau,
- et au moins un agent émulsifiant.

2. Emulsion selon la revendication 1, caractérisée en ce que le composé de la famille des latex est choisi parmi les polymères acryliques et les caoutchoucs naturels ou synthétiques, utilisables sous forme de dispersion aqueuse, choisis dans le groupe constitué par : 15

- l'EPDM (éthylène-propylène-diène-monomère),
- l'EPM (éthylène-propylène monomère),
- les copolymères styrène-butadiène statistiques S.B.R. (styrène-butadiène rubber) ou séquencés S.B.S. (styrène-butadiène-styrène), linéaires ou étoilés, ou S.I.S. (styrène-isoprène-styrène),
- 20 - le polyisobutylène,
- le polybutadiène,
- le polyisoprène,
- 25 - le polychloroprène.

3. Emulsion selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que le composé de la famille des latex est introduit en une quantité comprise entre 5 et 30 % en poids de l'émulsion.

4. Emulsion selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en 30 ce que ledit liant synthétique clair comprend au moins un agent plastifiant à base d'un extrait aromatique d'une coupe pétrolière et au moins un agent structurant à base de résine de pétrole.

5. Emulsion selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que ledit liant synthétique clair comprend au moins un agent 35 plastifiant à base d'un composé hydrocarboné aliphatique, dont le nombre d'atomes de carbone est supérieur ou égal à 20, et au moins un agent structurant à base d'un polymère hydrocarboné cycloaliphatique.

6. Emulsion selon la revendication 5, caractérisée en ce que l'agent plastifiant est choisi dans le groupe constitué par :

- les huiles aliphatiques naturelles ou synthétiques,
- les polymères à bas degré de polymérisation, tels que les polyoléfines.

7. Emulsion selon la revendication 6, caractérisée en ce que les huiles aliphatiques ont un point d'aniline supérieur ou égal à 90°C (selon la méthode ASTM D 611) et, de préférence, supérieur ou égal à 110 °C.

8. Emulsion selon la revendication 6, caractérisée en ce que les huiles aliphatiques sont choisies parmi les huiles blanches hydrogénées, contenant au moins 60% d'atomes de carbone paraffinique (selon la méthode ASTM D 2140).

9. Emulsion selon la revendication 6, caractérisée en ce que les polymères constituant l'agent plastifiant ont un indice de viscosité (VI) (selon la méthode ASTM D 2270) supérieur ou égal à 100, et de préférence supérieur ou égal à 120.

10. Emulsion selon l'une des revendications 6 et 9, caractérisée en ce que les polymères sont du type polybutène, de masse moléculaire en nombre comprise entre 900 et 2600 et de viscosité cinématique à 100°C (selon la méthode ASTM D 445) comprise entre 200 et 4600 cSt (ou mm²/s).

11. Emulsion selon la revendication 5, caractérisée en ce que l'agent structurant est une résine thermoplastique polycycloaliphatique, en particulier du type des polycyclopentanes, à faible masse moléculaire.

12. Emulsion selon la revendication 11, caractérisée en ce que la résine thermoplastique du type des polycyclopentanes a un point de ramollissement (température Bille-Anneau) supérieur à 125 °C, et un indice de couleur Gardner (selon la norme NF T 20-030) d'au plus 1.

13. Emulsion selon l'une des revendications 4 à 12, caractérisée en ce que le rapport en poids entre l'agent structurant et l'agent plastifiant est compris entre 0,4 et 1,5.

14. Emulsion selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'agent plastifiant est introduit en une quantité comprise entre 40 et 70 % en poids du liant synthétique clair.

15. Emulsion selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que le liant synthétique clair présente une pénétrabilité comprise entre 20 et 300 dixièmes de millimètre.

16. Emulsion selon l'une des revendications précédentes, 5 caractérisée en ce que le liant synthétique clair contient en outre soit des copolymères du type éthylène-acétate de vinyle (EVA) ou styrène-butadiène séquencés S.B.S, soit des polymères du type polyéthylène basse densité.

17. Emulsion selon l'une des revendications précédentes, 10 caractérisée en ce qu'elle comprend :

- de 40 à 70 % en masse de liant synthétique,
- de 5 à 30 % en masse de latex,
- de 60 à 30 % en masse d'eau,
- de 3 à 10 % en masse d'émulsifiant.

18. Procédé de préparation d'une émulsion selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

20 a) la réalisation d'un liant synthétique, par mélange sensiblement homogène à l'état fondu d'au moins un agent plastifiant et d'au moins un agent structurant,

b) la mise en émulsion du liant synthétique obtenu en a) à l'aide d'une solution aqueuse d'un agent émulsifiant, en maintenant le mélange obtenu à une température suffisante pour obtenir une émulsion stable,

25 c) le refroidissement de l'émulsion et l'incorporation du latex sous forme d'émulsion, sous agitation à température ambiante.

19. Procédé selon la revendication 18, caractérisé en ce que l'étape a) consiste à mélanger les composants du liant synthétique à une température comprise entre 180 et 200°C.

30 20. Procédé selon les revendications 18 et 19, caractérisé en ce que la deuxième étape b), comporte l'incorporation au liant synthétique, sous agitation, d'une solution émulsifiante réalisée avec un émulsifiant non ionique ou cationique, introduit à un taux compris entre 3 et 8 % en masse de la solution émulsifiante.

35 21. Procédé selon l'une des revendications 18 à 20, caractérisé en ce que, dans l'étape c), l'incorporation de l'émulsion de latex, en

particulier non ionique ou cationique, est réalisée à un taux compris entre environ 15 et 30% en masse, à température ambiante.

22. Procédé selon l'une des revendications 18 à 21, caractérisé en ce que le liant synthétique est obtenu par mélange d'un agent plastifiant se composant d'un composé hydrocarboné aliphatique, dont le nombre d'atomes de carbone est supérieur ou égal à 20, et d'un agent structurant composé d'un polymère hydrocarboné cycloaliphatique.

23. Application d'une émulsion selon l'une des revendications 1 à 17, à la réalisation d'un revêtement de surface coloré sur un matériau d'étanchéité, tel qu'une membrane ou chape, comprenant au moins une couche de base, caractérisée en ce que le dépôt du bitume synthétique, auquel sont ajoutés des pigments colorés, est obtenu par enduction de cette émulsion sur la couche de base et rupture de l'émulsion par évaporation de son eau.

24. Application selon la revendication 23, caractérisée en ce que la couche de revêtement de surface présente une température bille-anneau (TBA) supérieure à 160°C.

25. Application d'une émulsion selon l'une des revendications 1 à 17, à la réalisation d'un revêtement de surface coloré pour applications routières à froid, tel que des enduits superficiels, des enrobés coulés à froid, et des coulis, sur un support, caractérisée en ce que le dépôt du liant synthétique, auquel sont ajoutés des pigments colorés et des granulats, est obtenu par répandage à froid et rupture chimique de cette émulsion.